



MEMORIA DESCRIPTIVA que forma parte integrante de la patente de invención que se solicita en España á favor del Sr. Dr. D. Leon Lilienfeld, de Viena, por "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE HILOS ARTIFICIALES Y DE OTROS PRODUCTOS DE SUSTANCIAS VISCOSAS".

- - - - -

El presente invento se refiere á la fabricación de hilos artificiales y de otros productos de sustancias viscosas y tiene por finalidad, entre otras cosas, la fabricación de hilos artificiales de grandes resistencias 5 en estado seco y en húmedo.

La elaboración de sustancias viscosas en materias artificiales, sobre todo en hilos artificiales, que tengan una gran resistencia en estado seco y húmedo, solo era posible hasta ahora por medio de aquellos baños de 10 precipitación (por ej. ácidos minerales fuertes, sobre todo acido sulfúrico fuerte) que ejercen un efecto plastizante sobre las materias artificiales, especialmente sobre los hilos artificiales durante su coagulación o inmediatamente después de ella; véase la patente n^o 15 100660 y 114086 y las patentes inglesas n^{os} 274521, 274690, 281351, 298548.

Con auxilio de este procedimiento es posible fabricar filamentos artificiales, por ej. seda artificial que tengan una resistencia en seco de 4 a 6 g por Denier y aun 20 más y una resistencia en húmedo de 2 a 4 g por Denier y aun más.

También se ha propuesto fabricar hilos artificiales con una gran resistencia en seco y en húmedo de forma que la sustancia viscosa completamente sin madurar, que



25 se fabrica de celulosa alcalina totalmente sin madurar para
cuya preparación se emplea celulosa rica en α -celulosa, se
hila en los baños corrientes en la técnica de sustancias
viscosas, por ej^o en un baño de ácido sulfúrico al 10%, o en
el llamado baño Mueller u otro análogo. Estos procedimientos
30 deben ser apropiados para fabricar hilos artificiales que
tengan una resistencia en seco aproximadamente de 3 g por
Denier.

No han faltado esfuerzos para mejorar las propiedades,
sobre todo las resistencias de la seda de sustancias viscosas
35 sin emplear en el procedimiento del hilado los llamados
baños de Lilienfeld. El solicitante también se ha ocupado
con celo en este asunto y sus trabajos relativos á esto
durante muchos años han conducido á averiguar que se logra
fabricar materias artificiales de una gran resistencia en
40 seco y en húmedo de sustancias viscosas enrancias o frescas
que se fabrican de celulosa alcalina madurada o no madurada,
siempre que el grado de viscosidad de la sustancia viscosa
se ponga en una determinada relación con su contenido de
celulosa.

45 Según esto, el presente invento consiste en hilar sustan-
cias viscosas o su elaboración en otras materias artificiales,
independientemente de si se ha dejado o no enrancias e inde-
pendiente de si la celulosa alcalina permite la maduración o
no, empleando los conocidos baños de precipitación corrientes
50 en la técnica de las sustancias viscosas (por ej. el llamado
baño de Mueller o análogos). Como ya se ha indicado, la visco-
sidad de las sustancias viscosas debe estar en consonancia
con ciertas exigencias, que, como cree el solicitante, se ex-
presan de la mejor manera y suficientemente claro para fines
55 prácticos en la siguiente regla (en la que intenta resumir
los resultados de sus trabajos de muchos años).

La proporción cuantitativa de celulosa con el alcalí



caustico en las sustancias viscosas debe guardar tal relación entre sí que la viscosidad de la sustancia viscosa comparada con la glicerina de 1.26 de peso específico no sea esencialmente menor que el 50%, ventajosamente no inferior que del 75 al 100% de la cantidad de la celulosa analíticamente determinable contenida en 100 partes de peso de la sustancia viscosa.

65 El solicitante ha obtenido resultados especialmente favorables ateniéndose a las siguientes reglas:

Al elegir glicerina de 1.26 de peso específico como standard de comparación y al emplear sustancias viscosas con 3% de contenido de celulosa o menos, el solicitante ha obtenido resultados especialmente buenos, en el caso de sustancias viscosas aproximadamente con 3% o más de contenido de celulosa la viscosidad de las sustancias viscosas no era menor de $\frac{c^4}{3a} - 6c^2$ y tratándose de sustancias viscosas con un contenido aproximado de 3% o menos de celulosa, la viscosidad de las sustancias viscosas no fue menor de $\frac{2c}{a}$ y ventajosamente no fué inferior a $\frac{3c}{a}$, en donde c representa la cantidad de celulosa contenida en 100 partes de peso de la sustancia viscosa y a la cantidad de potasa caústica calculada como NaOH contenida en 100 partes de peso de la sustancia viscosa.

En lo que el solicitante ha podido comprobar no es decisivo para el presente procedimiento la cuestión de si la celulosa inicial es rica en α -celulosa. Pues a pesar de que el solicitante ha empleado, en los ensayos que le han conducido al presente invento, en primer término un cierto número de celulosas y linters que se encuentran en el mercado y usadas en la técnica de las sustancias viscosas como se comprende, el solicitante no ha ensayado todas las clases de celulosa, sino se ha limitado a 5 o 6 clases distintas).

90 ha obtenido por el presente procedimiento en todos los casos materias artificiales, sobre todo hilos artificiales, que presentan las propiedades arriba indicadas.

Es ilustrativo que las condiciones de trabajo mejores que garantizan el éxito dependen de circunstancias dadas y que son inevitables ensayos previos para satisfacer en todos los casos las exigencias requeridas. Los siguientes ejemplos ilustrativos deben considerarse como líneas generales directrices y por consiguiente deben entenderse en el sentido de que el invento no está limitado a ellos.

100 Ejemplo I (a) hasta (e)

Productos viscosos fabricados de celulosa alcalina no madurada, para cuya fabricación se ha empleado linteas de gran viscosidad o celulosa de gran viscosidad o una mezcla de linteas de algodón y celulosa, conteniendo estos productos viscosos 5% de celulosa analíticamente determinable y 8% de NaOH y tienen una viscosidad aproximadamente de 20 a 22 comparados con la glicerina con 1.26 de peso específico, se hila en estado no madurado o después de dejarlos enranciar durante 24 ó 48 ó 72 ó 96 horas a 15°, de la siguiente manera:

Se impulsa la solución que se ha de hilar con una velocidad de 5 a 6 cm³ por minuto a través de una tobera de platino que tiene 100 orificios de 0.08 mm de diámetro, en un baño que contiene 10% de H₂SO₄ o en un baño que contiene 16% de H₂SO₄ y 30% de Na₂SO₄ y que está a una temperatura de 16°, teniendo el hilo un trayecto de sumersión en el baño de 80 cm. Una vez que el hilo ha recorrido al aire el trayecto de 165 cm. de longitud se devana en un carrete que gira con tal rapidez que por minuto se arrollan aproximadamente 40 m del hilo. En el trayecto al aire libre se han colocado, formando ángulo entre sí, tres varillas de cristal o cilindros por las que se conduce el hilo y que ejercen





sobre los hilos un estirado adicional o efecto de tiro. La parte inferior del carrete gira en ácido sulfúrico al 10%.

125 Los hilos así obtenidos consisten en hilos sueltos aproximadamente de 1 hasta 1.3 Denier.

b/ Procedimiento de trabajo como en (a), sin embargo con la diferencia de que la temperatura del baño de hilado es de 5° C.

130 c/ Procedimiento de trabajo como en (a) o (b), sin embargo con la diferencia de que se impulsan por minuto aproximadamente de 2.5 hasta 3 cm³ de la solución para hilar y de que la velocidad de avance es de 30 m. por minuto.

La titulación de cada uno de los hilos es aproximadamente 135 de 0.6 hasta 0.8 Denier.

d/ Procedimiento de trabajo como en (a) o (b), sin embargo con la diferencia de que se impulsan por minuto aproximadamente de 3 hasta 3.5 cm³ de la solución para hilar y de que la tobera tiene 54 orificios de 0.1 mm de diámetro y de que
140 la velocidad de avance es de 12 m por minuto.

e/ Procedimiento de trabajo como en (a) o (c) o (d), pero con la diferencia de que la temperatura del baño para hilar es de 45° C.

Ejemplo II (a) hasta (e).

145 Se produce igualmente que en uno de los ejemplos I (a) hasta (e), sin embargo con la diferencia de que la sustancia viscosa se fabrica de celulosa alcalina, la que permite que se madure durante 48 horas a 15° C. La viscosidad del producto viscoso es aproximadamente de 15 a 19 comparada con la glicerina de 1.26 de peso específico. La celulosa (lúteas o
150 celulosa de madera o una mezcla de lúteas y celulosa de madera) que se emplea para este producto viscoso, debe ser de tal clase que la celulosa alcalina fabricada de ella, una vez que se le ha dejado madurar durante 48 horas, de la
155 viscosidad antes indicada.



Ejemplo III (a) hasta (e)

Se procede como en uno de los ejemplos I (a) hasta (e), o II (a) hasta (e), sin embargo con la diferencia de que el producto viscoso contiene aproximadamente 3% de celulosa analíticamente determinable y 5% de NaCl, y de que la viscosidad del producto viscoso es aproximadamente de 1.2 hasta 2.2 comparado con glicerina de 1.26 de peso específico y de que se impulsan por minuto las siguientes cantidades de viscosidad:

	Clase de hilado (a)	14 cm ³ ,
165	" " " (c)	7 cm ³ ,
	" " " (d)	8 cm ³ .

Ejemplo IV (a) hasta (e).

Se procede como en uno de los ejemplos I (a) hasta (e), o II (a) hasta (e), o III (a) hasta (e), sin embargo con la diferencia de que el producto viscoso contiene aproximadamente 5.5% de celulosa analíticamente determinable y 8% de NaCl, y de que la viscosidad del producto viscoso es aproximadamente de 45 comparado con glicerina de 1.26 de peso específico.

Ejemplo V (a) hasta (e)

Se procede como en el ejemplo I (a) hasta (e), o II (a) hasta (e), sin embargo con la diferencia de que el producto viscoso contiene aproximadamente el 4% de celulosa analíticamente determinable y 5% de NaCl, y de que la viscosidad del producto viscoso es aproximadamente 1.6 hasta 2.2 comparado con glicerina de 1.26 de peso específico y de que se impulsan por minuto las siguientes cantidades del producto viscoso:

	Clase de hilado: (a)	10.7 cm ³
	" " " (c)	5.2 cm ³
	" " " (d)	5.7 cm ³ .

185 Ejemplo VI (a) hasta (e).

Se procede como en uno de los ejemplos I (a) hasta (e), (a) hasta (e), sin embargo con la diferencia de que el producto viscoso contiene aproximadamente 6% de celulosa



ticamente determinable y aproximadamente 8% de NaF, y de 190 que la viscosidad del producto viscoso es aproximadamente de 9 hasta 12 comparado con glicerina de 1.26 de peso específico y que por minuto se impulso las siguientes cantidades de producto viscoso:

	Clase de hilado (a)	7.2 cm ³
195	" " " (c)	3.5 cm ³
	" " " (d)	3.8 cm ³

En los preced ntes ejemplos se pueden emplear también rodillos diferenciales o cosa análoga para obtener el estirado adicional.

200 Los ejemplos para la fabricación de fibras apiladas se deducen sin violencia alguna de los precedentes ejemplos.

Los hilos lavados, antes o después de estar secos, pueden calentarse a elevadas temperaturas (por ej. de 100 a 110° C.) o tratarse por vapor.

205 La desulfuración o blanqueo de los hilos que fuere necesaria se hace en la forma conocida.

En los ejemplos precedentes también pueden emplearse otros baños conocidos en la técnica de productos viscosos, por ej. uno que no contenga ácido mineral o menos del 50%

210 de H₂SO₄ o que contenga la cantidad equivalente de otro ácido mineral.

Además, el baño de precipitación puede contener como adición al mismo una o varias sustancias inorgánicas (por ej. una sal soluble de metal ligero o pesado) u orgánicas

215 (por ej. glucosa o glicerina o un alcohol o una proteína o un proteido (como sustancia no desintegrada o desinte-

grada del grupo de la keratina o de la glutina en forma aislada o en forma de sustancias que la contengan, como cuero en general o cuero al cromo, lana, cartílagos o cosa

220 análoga) o sulfonatos alifáticos o aromáticos, o un ácido monohalógeno o una sustancia curtiente natural o sintética (por ej. un carbazolsulfonato o neradol) o un ácido sulfá-



nico aromático o alifático o cosa análoga) conocidas en la técnica de la seda viscosa.

- 225 Siguiendo los ejemplos precedentes se obtiene una brillante seda artificial que presenta una resistencia en seco de más de 2 g por Denier (por ej. una resistencia en seco de 3 a 4 g por Denier) y una resistencia en húmedo de 1 g por Denier o más (por ej., una resistencia en húmedo de 230 1.5 a 2 g por Denier).

Ejemplo VIII.

La solución para hilar, fabricada como se describe en uno de los ejemplos precedentes, se la hace entrar, en forma conocida, por un embudo apropiado o por una ranura en uno 235 de los baños de precipitación mencionados en los ejemplos precedentes y la cinta de película coagulada se lava y seca en forma conocida una vez que se ha atravesado este baño.

Ejemplo IX.

Con una solución para hilar, que se ha obtenido según uno 240 de los ejemplos precedentes y a la que se le puede añadir una materia de apresto, como talco o caolin (por ej. 100 hasta 200% calculado sobre el peso de la celulosa) o una materia colorante o un pigmento, como mica o negro de humo o cosa análoga, se impregna una o varias veces o se rellena 245 o se recubre una tela de algodón en una máquina apropiada, por ej. en una máquina Padding o en una máquina Backfilling o en una Spreading sin ser secada, en caso dado en tensión, pasando por un baño que tiene la composición de uno de los baños de precipitación mencionados en los ejemplos prece- 250 dentes.

Si se quiere se puede aumentar aun la dilatabilidad de las materias artificiales, en especial de los hilos fabricados por el presente procedimiento, tratándolos con medios que producen retracción, por ej. según los de las patentes 255 nº 103104, 110189, 113558 y de la patente inglesa nº 323732



- La expresión "materias artificiales" significa en la descripción y en las reivindicaciones: hilos artificiales, sobre todo seda artificial, películas, cubiertas y capas de todas clases, aprestos para tejidos, papel, cuero y análogos, encolado de hilados, telas para encuadernación, cuero artificial, pegantes y mastices, placas y masas plásticas en general, medios de condensación, o medios de fijación para pigmentos en la estampación de tejidos y análogos.
- 260
- 265 La expresión "hilos artificiales" significa: hilos e hilados de todas clases, por ej., seda artificial, fibras apiladas, algodón artificial, pelo artificial y paja artificial de todas clases.

REIVINDICACION.

- 270 1/ Procedimiento para la fabricación de materias artificiales que presentan gran resistencia, por ej., de hilos artificiales, que tienen una resistencia en seco que excede de 2 g por Denier, de sustancias viscosas, por el empleo de baños de precipitación o de hilado, usuales y conocidos
- 275 en la técnica de la viscosa, caracterizado porque la proporción cuantitativa de la celulosa con la potasa se establece en la viscosa en tales relaciones entre sí, que la viscosidad de la viscosa comparada con glicerina de 1.26 de peso específico no es esencialmente menor que el 50% de la
- 280 cantidad de celulosa analíticamente determinable (precipitable) contenida en 100 partes de peso de viscosa.
- 2/ Procedimiento según 1, caracterizado porque la viscosidad de la viscosa comparada con glicerina de 1.26 de peso específico no es esencialmente menor que el 75 hasta el
- 285 100% de la cantidad de celulosa analíticamente determinable contenida en 100 partes de peso de viscosa.
- 3/ Procedimiento según 1 ó 2, caracterizado porque el baño de hilado o de precipitación no contiene ningún ácido mine-

ral o contiene una cantidad de ácido mineral que corresponde
290 a menos del 50% de H_2SO_4 .



4/ Procedimiento según el número 1 ó 2 ó 3, caracterizado
porque se emplea una viscosa que contiene aproximadamente
3% o más de celulosa y que la viscosidad de la viscosa com-
parada con glicerina de 1.26 de peso específico no es menor
295 que $\frac{c^4 - 6 c^2}{4a}$ y ventajosamente no menor que $\frac{c^4 - 6 c^2}{3a}$,
significando en estas fórmulas c la cantidad de celulosa
contenida en 100 partes de peso de viscosa y a la cantidad
de potasa (calculada como NaOH) contenida en 100 partes de
peso de viscosa.

300 5/ Procedimiento según el número 1 ó 2 ó 3 caracterizado
porque se emplea una viscosa que contiene aproximadamente
3% o menos de celulosa y porque la viscosidad de la viscosa
comparada con glicerina de 1.26 de peso específico no es
menor que $\frac{2c}{a}$ y ventajosamente no es menor que $\frac{3c}{a}$, signifi-
305 cando en estas fórmulas c la cantidad de celulosa contenida
en 100 partes de peso de viscosa y a la cantidad de potasa
(calculada como NaOH) contenida en 100 partes de peso de
viscosa.

Nota: La presente patente debe recaer sobre: "PROCEDI-
MIENTO PARA LA FABRICACION DE HILOS ARTIFICIALES Y DE OTROS
PRODUCTOS DE SUSTANCIAS VISCOSAS", tal como aparece descrito
en la presente memoria.

Con arreglo á lo preceptuado en la vigente Ley de la
Propiedad Industrial y Comercial se solicita el derecho de
prioridad de la patente inglesa nº 16492 del 28 de Mayo de
1930.

Consta esta memoria de diez hojas foliadas y escritas
por una sola cara.

Madrid, a 27 de Mayo de 1930

Leon Lilienfeld

Juan José Romero
P.D.